

This Page Is Inserted by IFW Operations
and is not a part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

**As rescanning documents *will not* correct images,
please do not report the images to the
Image Problem Mailbox.**

(19)



JAPANESE PATENT OFFICE

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11) Publication number: **10212501 A**

(43) Date of publication of application: **11.08.98**

(51) Int. Cl.

B22F 1/02
C09C 1/66
C09D 5/24
C23C 18/44
H01B 1/00

(21) Application number: **09014327**

(22) Date of filing: **28.01.97**

(71) Applicant: **DOWA MINING CO LTD**

(72) Inventor: **NAGATA CHOJU**
SUZUKI KAZUNARI
HASEGAWA YOSHIO
MOGI MASAMI

(54) **COATED POWDER, SILVER-COATED COPPER POWDER AND ITS PRODUCTION, CONDUCTIVE PASTE AND CONDUCTIVE FILM**

(57) Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a method for producing a coated powder such as a silver-coated copper powder excellent in resistance to moisture and oxidation, exhibiting a stabilized characteristic without being deteriorated on ageing and having good conductivity at a low cost.

SOLUTION: A soln. contg. a powder such as metallic copper powder and a substance for coating the powder surface is strongly agitated with a power of $\approx 0.05 \text{ kg.cm/sec}$ per liter of the soln. to deposit the coating substance such as metallic silver or metallic silver and metallic palladium or metallic silver and palladium alloy or silver alloy on the surface of such a powder as metallic copper powder, and a coated powder such as a silver-coated copper powder is obtained.

COPYRIGHT: (C)1998,JPO

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平10-212501

(43) 公開日 平成10年(1998) 8月11日

(51) Int.Cl. ⁶	識別記号	F I
B 2 2 F 1/02		B 2 2 F 1/02 A
C 0 9 C 1/66		C 0 9 C 1/66
C 0 9 D 5/24		C 0 9 D 5/24
C 2 3 C 18/44		C 2 3 C 18/44
H 0 1 B 1/00		H 0 1 B 1/00 C
審査請求 未請求 請求項の数14 O L (全 7 頁)		

(21) 出願番号 特願平9-14327

(22) 出願日 平成9年(1997) 1月28日

(71) 出願人 000224798

同和鉱業株式会社

東京都千代田区丸の内1丁目8番2号

(72) 発明者 永田 長寿

東京都千代田区丸の内一丁目8番2号 同
和鉱業株式会社内

(72) 発明者 鈴木 一成

東京都千代田区丸の内一丁目8番2号 同
和鉱業株式会社内

(72) 発明者 長谷川 佳生

東京都千代田区丸の内一丁目8番2号 同
和鉱業株式会社内

(74) 代理人 弁理士 阿仁屋 節雄 (外1名)

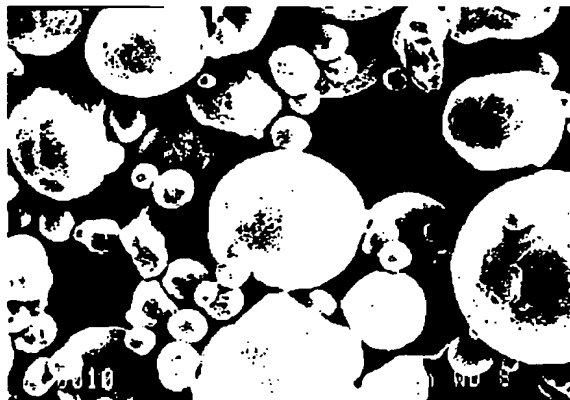
最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 被覆粉体、銀被覆銅粉及びその製造方法、導電性ペースト並びに導電膜

(57) 【要約】

【課題】 耐湿性及び耐酸化性に優れ、経時変化を受けず安定した特性を示すと共に、良好な導電性を有する銀被覆銅粉等の被覆粉体を安価に製造する方法を提供する。

【解決手段】 金属銅粉等の粉体及びこの粉体表面を被覆する物質を含む溶液を、例えば、該溶液1リットル当たり0.05kg・m/sec以上の搅拌所要動力等で強く搅拌しながら、金属銅粉等の粉体の表面に、金属銀、又は、金属銀と金属パラジウム、又は、金属銀とパラジウム合金又は銀合金等の被覆物質を析出させて銀被覆銅粉等の被覆粉体を得る。



【特許請求の範囲】

【請求項1】 粉体及びこの粉体表面に被覆する物質を含む溶液を、強く攪拌しながら、前記粉体表面に、前記被覆物質を析出させてなることを特徴とする被覆粉体。

【請求項2】 粉体及びこの粉体表面に被覆する物質を含む溶液を、該溶液1リットルあたり0.05kg・m/sec以上の攪拌所要動力で攪拌することを特徴とする請求項1に記載の被覆粉体。

【請求項3】 金属銀、又は、金属銀と金属パラジウム、又は、金属銀とパラジウム合金、又は、銀合金が金属銅粉の表面に被覆形成されてなる銀被覆銅粉。 10

【請求項4】 金属銀、又は、金属銀と金属パラジウム、又は、金属銀とパラジウム合金、又は、銀合金が、金属銅粉の表面に均一に被覆形成されてなる銀被覆銅粉。

【請求項5】 金属銀、又は、金属銀と金属パラジウム、又は、金属銀とパラジウム合金、又は、銀合金が、金属銅粉の表面に膜厚が0.01μm以上に均一に被覆されてなる銀被覆銅粉。

【請求項6】 金属銅粉及びこの金属銅粉表面に被覆する物質を含む溶液を、強く攪拌しながら、前記金属銅粉の表面に、金属銀、又は、金属銀と金属パラジウム、又は、金属銀とパラジウム合金、又は、銀合金を析出させて製造したことを特徴とする銀被覆銅粉。 20

【請求項7】 錯化剤を用いた置換法及び又は還元剤で析出させる還元法を用いて前記金属銅粉の表面に金属銀、又は、金属銀と金属パラジウム、又は、金属銀とパラジウム合金、又は、銀合金を析出させたことを特徴とする請求項6に記載の銀被覆銅粉。

【請求項8】 前記金属銅粉及びこの金属銅粉表面に被覆する物質を含む溶液を、該溶液1リットルあたり0.05kg・m/sec以上の攪拌所要動力で攪拌することを特徴とする請求項6又は7に記載の銀被覆銅粉。 30

【請求項9】 金属銅粉及びこの金属銅粉表面に被覆する物質を含む溶液を強く攪拌しながら、金属銅粉の表面に、金属銀、又は、金属銀と金属パラジウム、又は、金属銀とパラジウム合金、又は、銀合金を析出させて銀被覆銅粉を得ることを特徴とする銀被覆銅粉の製造方法。

【請求項10】 前記金属銅粉及びこの金属銅粉表面に被覆する物質を含む溶液を、該溶液1リットルあたり0.05kg・m/sec以上の攪拌所要動力で攪拌することを特徴とする請求項9に記載の銀被覆銅粉の製造方法。 40

【請求項11】 錯化剤を用いた置換法及び又は還元剤で析出させる還元法を用いて前記金属銅粉の表面に金属銀、又は、金属銀と金属パラジウム、又は、金属銀とパラジウム合金、又は、銀合金を析出させたことを特徴とする請求項9又は10に記載の銀被覆銅粉の製造方法。

【請求項12】 前記錯化剤が、エチレンジアミン四酢酸又はエチレンジアミン四酢酸塩又はトリエチレンジア 50

ミン又はジエチレントリアミン五酢酸又はジエチレントリアミン五酢酸塩の中の1種又は2種以上からなることを特徴とする請求項11に記載の銀被覆銅粉の製造方法。

【請求項13】 請求項3～8のいずれかに記載の銀被覆銅粉と所定のビヒクルを含むことを特徴とする導電性ペースト。

【請求項14】 請求項3～8のいずれかに記載の銀被覆銅粉を含むことを特徴とする導電膜。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、耐酸化性および耐湿性に優れた銀被覆銅粉等の被覆粉体及びその製造方法、この粉体を用いた導電性ペースト並びに導電膜に関する。

【0002】

【従来の技術】近年、銅粉の欠点を補い銀粉並の導電性及び耐酸化性を有する導電性ペーストフィラーとして、金属銅の表面に金属銀を被覆した銀被覆銅粉が注目されている。

【0003】金属銅粉の表面に銀を析出させる方法には、銅と銀の置換反応を利用した置換法や還元剤を用いる還元法がある。

【0004】例えば、特公昭57-59283号公報には、硝酸銀、炭酸アンモニウム塩及びEDTA（エチレンジアミン四酢酸）三ナトリウムの銀錯塩溶液を用いて金属銅粉の表面に金属銀を析出させる方法が開示されている。

【0005】特開昭61-3802号公報には、硝酸銀、アンモニア水及びEDTAの銀錯塩溶液を用いて金属銅粉の表面に金属銀を析出させる方法が開示されている。

【0006】また、特開平1-119602号公報には、キレート化剤溶液に銅粉を分散させた後、2つの分散液に銀イオン溶液を加えて還元反応を促し、さらに還元剤を添加して完全に還元析出させて、銅粉の表面に銀被膜を析出させる方法が開示されている。

【0007】

【発明が解決しようとする課題】しかしながら、従来の方法で製造された銀被覆銅粉は、銀膜厚が不均一であり、部分的に銀被覆が形成されていないところや必要以上の膜厚で被覆されたりして、表面がかなり荒れた状態になっていた。

【0008】そのために、従来の銀被覆銅粉は、マイグレーションが生じやすくなっていたり、高湿度環境で経時変化によって導電性が低下して、銀単味の粉よりも耐湿性が不足していた。

【0009】また、従来の銀被覆銅粉は、耐酸化性が不足していて、銀被覆が不十分なところから、原粉銅粉の酸化被膜が生成し導電性が低下するという問題点があっ

た。

【0010】これらの問題点を改善するために、置換法と還元法とを合わせて処理する方法が提案されているが、この方法では、処理が二度手間になり、さらに必要な銀の量も増え、副原料がさらに必要になるなど、時間がかかりコストも高くついてしまう。

【0011】本発明は上記問題点を解決するためになされたものであり、耐湿性及び耐酸化性に優れ、経時変化を受けず安定した特性を示すと共に、良好な導電性を有する銀被覆銅粉を安価に製造する方法を提供することを目的とする。

【0012】

【課題を解決するための手段】上述の課題を解決するために、本発明は、要するに、金属銅粉等の粉体及びこの粉体表面を被覆する物質を含む溶液を、例えば、該溶液1リットル当たり0.05kg・m/sec以上の撹拌所要動力等で、強く撹拌しながら、金属銅粉等の粉体の表面に、金属銀、又は、金属銀と金属パラジウム、又は、金属銀とパラジウム合金、又は、銀合金等の被覆物質を析出させて銀被覆銅粉等の被覆粉体を得るようにしたもので、具体的には、以下の各請求項に記載の解決手段を採用したものである。

【0013】（請求項1）粉体及びこの粉体表面に被覆する物質を含む溶液を、強く撹拌しながら、前記粉体表面に、前記被覆物質を析出させてなることを特徴とする被覆粉体。

【0014】（請求項2）粉体及びこの粉体表面に被覆する物質を含む溶液を、該溶液1リットルあたり0.05kg・m/sec以上の撹拌所要動力で撹拌することを特徴とする請求項1に記載の被覆粉体。

【0015】（請求項3）金属銀、又は、金属銀と金属パラジウム、又は、金属銀とパラジウム合金、又は、銀合金が金属銅粉の表面に被覆形成されてなる銀被覆銅粉。

【0016】（請求項4）金属銀、又は、金属銀と金属パラジウム、又は、金属銀とパラジウム合金、又は、銀合金が金属銅粉の表面に均一に被覆形成されてなる銀被覆銅粉。

【0017】（請求項5）金属銀、又は、金属銀と金属パラジウム、又は、金属銀と金属パラジウム合金、又は、銀合金が、金属銅粉の表面に膜厚が0.01μm以上に均一に被覆されてなる銀被覆銅粉。

【0018】（請求項6）金属銅粉及びこの金属銅粉表面に被覆する物質を含む溶液を、強く撹拌しながら、前記金属銅粉の表面に、金属銀、又は、金属銀と金属パラジウム、又は、金属銀とパラジウム合金、又は、銀合金を析出させて製造したことを特徴とする銀被覆銅粉。

【0019】（請求項7）錯化剤を用いた置換法及び又は還元剤で析出させる還元法を用いて前記金属銅粉の表面に金属銀、又は、金属銀と金属パラジウム、又は、

金属銀とパラジウム合金、又は、銀合金を析出させたことを特徴とする請求項6に記載の銀被覆銅粉。

【0020】（請求項8）前記金属銅粉及びこの金属銅粉表面に被覆する物質を含む溶液を、該溶液1リットルあたり0.05kg・m/sec以上の撹拌所要動力で撹拌することを特徴とする請求項6又は7に記載の銀被覆銅粉。

【0021】（請求項9）金属銅粉及びこの金属銅粉表面に被覆する物質を含む溶液を強く撹拌しながら、金属銅粉の表面に、金属銀、又は、金属銀と金属パラジウム、又は、金属銀とパラジウム合金、又は、銀合金を析出させて銀被覆銅粉を得ることを特徴とする銀被覆銅粉の製造方法。

【0022】（請求項10）前記金属銅粉及びこの金属銅粉表面に被覆する物質を含む溶液を、該溶液1リットルあたり0.05kg・m/sec以上の撹拌所要動力で撹拌することを特徴とする請求項9に記載の銀被覆銅粉の製造方法。

【0023】（請求項11）錯化剤を用いた置換法及び又は還元剤で析出させる還元法を用いて前記金属銅粉の表面に金属銀、又は、金属銀と金属パラジウム、又は、金属銀とパラジウム合金、又は、銀合金を析出させたことを特徴とする請求項9又は10に記載の銀被覆銅粉の製造方法。

【0024】（請求項12）前記錯化剤が、エチレンジアミン四酢酸又はエチレンジアミン四酢酸塩又はトリエチレンジアミン又はジェチレントリアミン五酢酸又はジェチレントリアミン五酢酸塩の中の1種又は2種以上からなることを特徴とする請求項11に記載の銀被覆銅粉の製造方法。

【0025】（請求項13）請求項3～8のいずれかに記載の銀被覆銅粉と所定のビヒクルを含むことを特徴とする導電性ペースト。

【0026】（請求項14）請求項3～8のいずれかに記載の銀被覆銅粉を含むことを特徴とする導電膜。

【0027】

【発明の実施の形態】以下、本発明に係る銀被覆銅粉及びその製造方法の実施の形態を図面を参照しながら詳細に説明する。

【0028】本発明の特徴は、溶液中で強く撹拌しながら、金属銅粉の表面に、金属銀、又は、金属銀と金属パラジウム、又は、金属銀とパラジウム合金、又は、銀合金を析出することにある。

【0029】金属銅粉の表面の析出には、錯化剤を用いた置換法や還元剤で析出させる還元法を用いることができる。なお、本発明の方法を用いれば、金属銅粉の表面への析出量（膜厚）を少なくすることができるので、置換法と還元法とを併用してもよい。

【0030】置換法で行う場合は、硝酸銀、炭酸アンモニウム塩又はアンモニア、及び、錯化剤の三成分を主成

分とする銀錯塩溶液を用いることができる。

【0031】また、銀以外の金属の被覆を銀と共にあるいは銀に代えて形成する場合には、例えば、パラジウム塩を銀塩と共にあるいは単独でこの錯塩液に含有させる。このとき、金属銀単味で被覆形成される液組成であっても、銀合金として被覆形成される液組成であってもよい。

【0032】置換法に用いる錯化剤には、エチレンジアミン四酢酸又はエチレンジアミン四酢酸塩又はトリエチレンジアミン又はジエチレントリアミン五酢酸又はジエチレントリアミン五酢酸塩の中から選ばれた1種又は2種以上のものを利用することができる。なお、還元剤としては、ホルマリン、ヒドラジン、水素化ホウ素ナトリウム等の種々の還元剤を用いることができる。

【0033】また、攪拌は、置換法、還元法の何れの場合も、原料粉の溶液中での高分散状態が維持され、金属銅粉の表面への金属銀、又は、金属銀と金属パラジウ *

* ム、又は、金属銀とパラジウム合金、又は、銀合金が均一に被覆形成される程度に強ければよい。

【0034】例えば、置換あるいは還元析出量が10%以下の場合には、攪拌所要動力を処理液量1リットル当り0.05kg・m/sec以上となることが好ましい。攪拌所要動力を処理液量1リットル当り0.05kg・m/sec未満であると、金属銅粉の表面への均一な被覆が形成されないため好ましくない。さらに、攪拌所要動力を処理液量1リットル当り0.05kg・m/sec以上でかつ、経済性を考慮すると共に必要以上の動力の消費を避ける意味で、1.0kg・m/sec以下であることがより好ましい。

【0035】なお、本明細書における攪拌所要動力は、「化学機械の理論と計算」(産業図書)に記載されている次式で求めた。

【0036】

【数1】

$$N_p = \frac{P \cdot g_c}{\rho n^3 d^5} = \frac{A}{Re} + B \left(\frac{10^3 + 1.2 Re^{0.88}}{10^3 + 3.2 Re^{0.88}} \right)^P \cdot \left(\frac{H}{D} \right)^{(0.35 + 1/D)} (\sin \theta)^{1.4}$$

$$A = 14 + (b/D) \{ 670 (d/D - 0.6)^2 + 185 \}$$

$$B = 10 \{ 1.3 - 4 (b/D - 0.5)^2 - 1.14 (d/D) \}$$

$$P = 1.1 + 4 (b/D) - 2.5 (d/D - 0.5)^2 - 7 (b/D)^4$$

ただし、

Re : レイノルズ数

N_p : 動力数

P : 攪拌所要動力 [kg・m/sec]

d : 攪拌羽根長 [m]

b : 攪拌羽根幅 [m]

θ : 攪拌羽根角度

n : 回転速度 [1/sec]

D : 攪拌層直径 [m]

H : 攪拌槽液高さ [m]

ρ : 液の密度 [kg/m³]

μ : 液の粘度 [kg/m sec]

g_c : 重力加速度 [m/sec²]

例えば、平板バドル2枚羽根を用い、この式に、d =

0.115、b = 0.025、θ = 90、n = 5、D =

40 0.180、H = 0.100、ρ = 1200、μ = 0.

01、g_c = 9.8を代入して、P : 攪拌所要動力を計

算すると、P = 0.135 Kg・m/secになる。な

お、液量1リットル当りの攪拌所要動力は、0.054

kg・m/secになる。さらに、邪魔板4枚を用いる

場合は、完全邪魔板条件として6.97を掛け合わせて

算出すると、0.054 × 6.97 = 0.38 kg・m

/secになる。

【0037】さらに、本実施の形態の銀被覆銅粉の製造

方法に使用する金属銅粉は、製法、形状、大きさ等は問

50 わない。

【0038】また、本明細書中においては、攪拌とは原料粉の高分散状態を維持するために行うものであって、攪拌には羽根攪拌、エア－攪拌、ポンプ循環等が含まれる。

【0039】以上のような方法で製造すると、金属銀、又は、金属銀と金属パラジウム、又は、金属銀とパラジウム合金、又は、銀合金を、金属銅粉の表面に膜厚が0.01 μ m以上に均一に被覆した銀被覆銅粉を得ることができる。

【0040】ここで、表面の均一性は、例えば、5000倍の走査電子顕微鏡写真に2 μ m相当の間隔で柵目を入れ、粉の表面の柵目全体のうち、凹凸が認められる柵目の数の割合を凹凸率とし、この凹凸率を、「凹凸率(%)=100 \times 凹凸数/全体数」と定義した場合、この凹凸率が小さいほど均一であることになる。

【0041】そこで、置換あるいは還元析出量が10%以下の場合、凹凸率が40%以下となることが好ましい。凹凸率が40%を越えると、耐湿性、耐酸化性、耐マイグレーション性が低下し、好ましくない。

【0042】また、金属銀、又は、金属銀と金属パラジウム、又は、金属銀とパラジウム合金、又は、銀合金を、金属銅粉の表面に均一に被覆形成された銀被覆銅粉において、被覆部分の膜厚が0.01 μ m以上となることが好ましい。膜厚が0.01 μ m未満となると耐湿性、耐酸化性、耐マイグレーション性が低下し、好ましくない。

【0043】さらに、得られた銀被覆銅粉を導電性フィラーとして所定のビヒクルと混合することで、耐湿性、耐酸化性に優れた導電性ペーストを得ることができる。

【0044】また、この導電性ペーストを塗膜してあるいは吹き付けて、乾燥や焼成等を施すことにより、この銀被覆銅粉含んだ耐湿性、耐酸化性に優れた導電膜を得ることができる。

【0045】(実施例1) 本実施例は、平板バドル2枚羽根と4枚の邪魔板で処理液量1リットル当り所要動力0.38kg \cdot m/secで攪拌を行ったときの例である。

【0046】原料の金属銅粉(アトマイズ粉)には、純度99.9%のもので、粒度分布、平均粒径、比表面積は以下の値のものを用いた。

【0047】粒度分布は、レーザ回折・散乱法で測定した。測定には、株式会社島津製作所製のSALD1000を使用し、試料を0.2%ヘキサメタリン酸ソーダ水溶液中で超音波分散(30秒間)させて測定した。原料の金属銅粉の10%累積粒径(D10)、50%累積粒径(D50)、90%累積粒径(D90)は、それぞれ、3.18 μ m、6.80 μ m、15.14 μ mであった。

【0048】比表面積は、湯浅アイオニクス製のMONOSORB(BET 1点法)で測定したところ、0.30m²/gであった。

【0049】5リットルの攪拌層に金属銅粉(アトマイズ粉)300gをイオン交換水1.8リットルと共に加えて、平板バドル2枚羽根と4枚の邪魔板で処理液量1リットル当り所要動力0.38kg \cdot m/secで5分間、25 $^{\circ}$ Cで攪拌を行い、以下の組成の銀錯塩溶液を1分間で添加して、さらに60分間、25 $^{\circ}$ Cで同所要動力で攪拌を継続して、金属銅表面への銀の析出を行った。

【0050】銀錯塩溶液

AgNO ₃	52.4g
EDTA三ナトリウム	313g
炭酸アンモニウム	156g
イオン交換水	1.6リットル

得られた銀被覆銅粉を濾過して、イオン交換水でろ液が透明になるまで洗浄して、60 $^{\circ}$ Cで真空乾燥を行った。

【0051】得られた乾燥後の銀被覆銅粉の銀膜厚を銀被覆銅粉の断面のEPMAにより測定したところ、0.17 μ mであり、SEM(走査電子顕微鏡)で観察したところ、均一で緻密な被膜であることが確認できた。

【0052】図1、図2は、SEMで撮影したそれぞれ倍率が5000倍、20000倍の銀被覆銅粉末の写真である。

【0053】図1のSEM写真を用いて表面の荒れを以下に示す凹凸率で評価したところ、5.8~20.3%となり、荒れが少ないことがわかった。なお、凹凸率は5000倍の写真に2 μ m間隔で柵目を形成し、凹凸率(%)=100 \times 凹凸数/全体数の式で求めた。

【0054】この銀被覆銅粉の粒度分布、平均粒径、比表面積を原料と同様に測定したところ、D10:2.82 μ m、D50:6.22 μ m、D90:14.97 μ m、比表面積0.36m²/gとなった。

【0055】さらに、この銀被覆銅粉90gと以下の組成のビヒクル22.5gを3本ロールミルにて20回混練してペーストを調整した。

【0056】ビヒクル組成

フェノール樹脂	50重量%
メチルカルビトール	38重量%
トルエン	4重量%
アセトン	8重量%

この塗膜の比抵抗を測定したところ2 \times 10⁻⁴ Ω \cdot cmであり、良好な導電性を示した。

【0057】また、この粉の耐湿性、耐酸化性を調べるために、得られた粉を80 $^{\circ}$ C、相対湿度95%の恒温恒湿器の中に100時間放置した。放置後の粉を用いて上記と同様にペーストを調整して塗膜にしたところ、その塗膜の比抵抗は3 \times 10⁻⁴ Ω \cdot cmであり、ほとんど特性が劣化していないことが認められた。

【0058】さらに、マイグレーションの評価を以下の方法で行ったところ、銀粉単味の場合と同じ4秒であっ

た。

【0059】図3に、マイグレーション測定の評価回路の回路図を示す。

【0060】図3に示したような電極を上記ペーストを用い、スクリーン印刷法で作成して、この電極に純水を一滴下し、直列に接続した抵抗の両端の電圧が2Vになるまでの時間を測定して、その時間でマイグレーションを評価した。

【0061】(比較例1) 本比較例は、邪魔板なしで平板パドル2枚羽根を用い、処理液量1リットルあたり所要動力0.017kg・m/secで攪拌したときの例である。

【0062】銀被覆銅粉は、実施例1と同じ金属銅粉を原料にして、邪魔板なしで平板パドル2枚羽根を用い、攪拌速度を2/3倍に変更して、処理液量1リットル当りの攪拌所要動力を0.017kg・m/secとした以外は実施例1と同じ操作を行って製造した。

【0063】得られた銀被覆銅粉を濾過し、イオン交換水でろ液が透明になるまで洗浄して、60℃で真空乾燥を行った。

【0064】得られた乾燥後の銀被覆銅粉の銀膜厚を実施例1と同様に測定したところ、ほとんど被覆されていないところから0.2μm程度の膜厚のところまでかなりばらついていて、SEMで観察すると、不均一な粗い表面の被膜であることが確認できた。

【0065】図4、図5は、SEMで撮影したそれぞれ倍率が5000倍、20000倍の銀被覆銅粉末の写真である。

【0066】凹凸率も実施例1と同様に測定したところ、74.7~92.9%であり、表面が非常に荒れていることがわかった。

【0067】さらに、この銀被覆銅粉の粒度分布、平均粒径、比表面積を実施例1と同様に測定したところ、D10:3.82μm、D50:8.42μm、D90:17.26μm、比表面積0.40m²/gとなった。

【0068】次に、実施例1と同様にペーストを調整した後、塗膜を作成してその比抵抗を測定したところ、3×10⁻⁴Ω・cmであり、良好な導電性を示した。

【0069】また、実施例1と同様に、耐湿性、耐酸化性を調べたところ、放置後の粉を用いた塗膜の比抵抗は18×10⁻⁴Ω・cmまで変化していて、耐湿性、耐酸化性が低いことが分かった。

【0070】さらに、マイグレーションの評価を実施例1と同じ方法で行ったところ、銀粉単味の半分の2秒で導通が確認された。

【0071】本発明は上記実施形態に限定されるものではなく、種々の変形を許容するものである。

【0072】上記実施例では、邪魔板を4枚使用して攪拌を行ったが、邪魔板の数は任意に定めてよい。

【0073】上記実施例では、イオン交換水を使用したのが、純水等他の水を使用してもよい。また、溶液の組成、攪拌時間、攪拌中の溶液の温度等も上記実施の形態に限定されるものではない。

【0074】また、上記実施例では、金属銅粉に被覆する物質として金属銀を用いた例を掲げたが、金属銅粉等の粉体に被覆する物質として、金属銀のほかに、上記実施形態に示した金属銀と金属パラジウム、又は、金属銀とパラジウム合金、又は、銀合金、あるいは、上記以外の他の金属もしくは他の物質を用いてもよい。

【0075】さらに、上記実施例では、粉体として金属銅粉の例を掲げたが、粉体としてはこれに限られるものでなく、銅以外の他の金属、ガラス、セラミックス、合成樹脂、その他であってもよい。

【0076】

【発明の効果】以上説明したように本発明は、金属銅粉等の粉体及びこの粉体表面を被覆する物質を含む溶液を、例えば該溶液1リットル当たり0.05kg・m/sec以上の攪拌所要動力等で強く攪拌しながら、金属銅粉等の粉体の表面に、金属銀、又は、金属銀と金属パラジウム、又は、金属銀とパラジウム合金又は銀合金等の物質を析出させて被覆粉体を得ることにより、耐湿性及び耐酸化性に優れ、経時変化を受けず安定した特性を示すと共に、良好な導電性を有する銀被覆銅粉等の被覆粉体を安価に得ることを可能にしたものである。

【図面の簡単な説明】

【図1】実施の形態に係る銀被覆銅粉末を倍率5000倍のSEMで撮影した写真である。

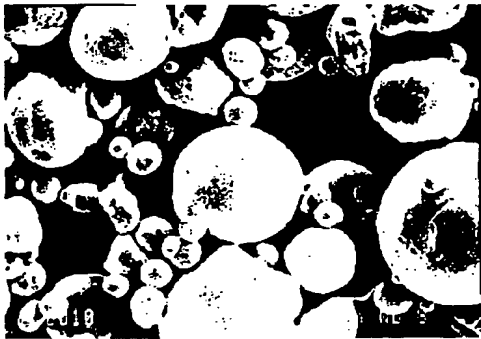
【図2】実施の形態に係る銀被覆銅粉末を倍率20000倍のSEMで撮影した写真である。

【図3】マイグレーションの評価回路の回路図である。

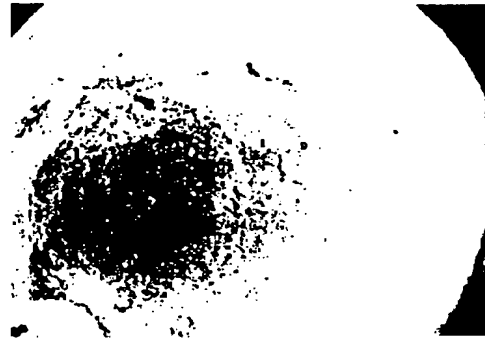
【図4】従来の銀被覆銅粉末を倍率5000倍のSEMで撮影した写真である。

【図5】従来の銀被覆銅粉末を倍率20000倍のSEMで撮影した写真である。

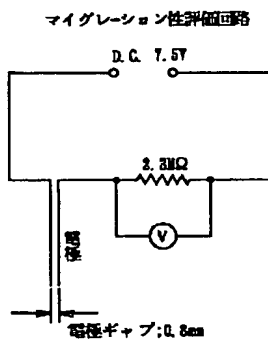
【図1】



【図2】



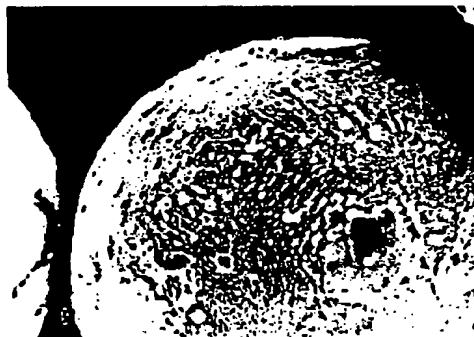
【図3】



【図4】



【図5】



フロントページの続き

(72)発明者 茂木 正実
東京都千代田区丸の内一丁目8番2号 同
和鉱業株式会社内